

特開平8-239310

(43) 公開日 平成8年(1996)9月17日

(51) Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
A 6 1 K 7/02			A 6 1 K 7/02	N
7/00			7/00	V
				B
C 0 9 C 3/08	P B V		C 0 9 C 3/08	P B V
審査請求 未請求 請求項の数5 O L (全 9 頁)				

(21) 出願番号 特願平7-42636  
 (22) 出願日 平成7年(1995)3月2日

(71) 出願人 000004008  
 日本板硝子株式会社  
 大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号  
 (72) 発明者 堂下 和宏  
 大阪市中央区道修町3丁目5番11号 日本  
 板硝子株式会社内  
 (72) 発明者 横井 浩司  
 大阪市中央区道修町3丁目5番11号 日本  
 板硝子株式会社内  
 (72) 発明者 竹村 和夫  
 大阪市中央区道修町3丁目5番11号 日本  
 板硝子株式会社内  
 (74) 代理人 弁理士 大野 精市

(54) 【発明の名称】 フレーク状粉体、その製造方法、およびそれを配合した化粧料

(57) 【要約】

【目的】 人体に安全で皮膚刺激がなく、非アレルギー性、耐光性、耐ブリード性、耐熱性、耐水性、耐汗性、付着性、伸展性、分散性、肌に対する感触、色調に優れ、着色性、隠蔽性が特に優れた、化粧料に配合するに適した着色フレーク状粉体を提供する。

【構成】 有機顔料を0.5～40重量%含有する金属酸化物フレーク状粉体およびそれを配合した化粧料である。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 有機顔料を0.5～40重量%含有する金属酸化物フレーク状粉体。

【請求項2】 前記有機顔料が、昭和41年8月31日厚生省令第30号記載の赤色226号、赤色202号、赤色203号、および赤色204号から選ばれる少なくとも一種である請求項1記載のフレーク状粉体。

【請求項3】 前記金属酸化物が、シリカ、チタニア、アルミナ、およびジルコニアからなる群から選ばれた少なくとも1種である請求項1または2記載のフレーク状粉体。

【請求項4】 加水分解および縮重合可能な有機金属化合物、有機顔料、水、および有機溶媒を含む溶液を、表面が平滑な基板上に塗布し、これを剥離し、80～250℃で5分間～24時間加熱することを特徴とする金属酸化物フレーク状粉体の製造方法。

【請求項5】 請求項1から3記載のフレーク状粉体を配合してなる化粧品。

#### 【発明の詳細な説明】

##### 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、フレーク状粉体、特に着色剤として化粧品中に配合するに適した色素含有フレーク状粉体、およびその製造方法、ならびにそのフレーク状粉体を配合した化粧品に関する。

##### 【0002】

【従来の技術】従来、化粧品用着色剤として、タール系合成色素や天然色素等が使用されている。これら着色剤を、化粧品基剤中にそのまま添加混合した場合、時として分散が不完全で、色ムラや色ブツが観察されることがあり好ましくなかった。さらに、色素添加量が多くなると、皮膚や爪等に色素が強く付着し、処方時に共に配合される他の無機系顔料（例えば弁柄）との色分かれを生じ、メイクアップ効果を阻害する問題があった。また、使用感触も重く、伸ばしにくい欠点も有していた。よって、色素配合量に制限があり、高彩度の化粧料を得にくかった。

【0003】また、上記色素をタルクやマイカ等の無機顔料と混合して、無機顔料表面に色素を付着させて色素の分散性を向上させることも行われてきた。しかしながら、この場合には、色素の鮮明さが低下するという欠点を有し、また、化粧料の製造工程、例えば粉碎による剪断力により、容易に無機顔料から色素が脱離し、色分かれが生じる。

【0004】一方、再生フィブロイン微粉末を酸性染料で染色した着色顔料を化粧品に配合することも提案されている（例えば、特開昭61-37715）。この方法により、ある程度の耐光性、耐ブリード性の向上は認められるものの充分ではなく、また、染色効率が悪い、色素によっては高濃度に染色することが難しい、配合化粧品使用時に色素が脱離する場合がある等の問題があっ

た。

【0005】また、従来から化粧品に繁用されているタール系合成色素は、発癌性、アレルギー性等、人体への有害性が問題となってから、化粧品として使用許可されている法定色素が年々減少していく傾向にあり、より安全性の高い色素の開発が望まれている。アレルギー性の低減方法としては、原料の精製や、色素の有機溶媒等による洗浄（例えば、特開昭57-192468、特開昭59-74164）、水溶液を活性炭処理後レーキ化する方法（例えば特公平4-51588）等が開示されている。これら方法で、処理された色素は、安全性が向上しているものの、製造工程が増えコスト高となる、精製や不純物除去を完全に行うには、非常に手間がかかる等の問題点があった。

【0006】より安全性の高い色素として、天然色素があるが、これは耐光性、耐ブリード性、耐熱性等に劣り、pHによる色相の変動が大きい等の問題点があった。

【0007】本発明者らは、先に、酸性染料を含有するフレーク体の製造法について出願した（特願平6-198113）。この方法では、加水分解および脱水縮合可能な有機金属化合物、例えばシリコンテトラメトキシドのような金属アルコキシド、および酸性染料を含む溶液を、表面が平滑な基板上に塗布し、これを剥離することにより、有機色素を含有するフレーク体が得られる。このフレーク体は、色調に優れているものの、透明感が高すぎ、必ずしも着色性、発色特性や隠蔽性が、充分ではなく、化粧品に対する多様なニーズに対応するには不充分であった。\$

【発明が解決しようとする課題】本発明は上記の従来技術に鑑み、人体に安全で皮膚刺激がなく、非アレルギー性、耐光性、耐ブリード性、耐熱性、耐水性、耐汗性、付着性、伸展性、分散性、肌に対する感触、色調に優れ、着色性、隠蔽性が特に優れた着色フレーク状粉体配合の化粧料を提供するものである。

##### 【0008】

【課題を解決するための手段】本課題を解決するため、本発明者らは、加水分解および縮重合が可能な有機金属化合物、水、有機溶媒を含む溶液に、有機顔料を添加、分散し、これを基材上、好ましくは表面が平滑な基板上に塗布し、乾燥して基材から剥離させた後、熱処理すれば、簡単かつ効率的に、有機顔料を含有した、優れた特性を有する着色フレーク状粉体が製造できることを見だし本発明に至った。すなわち本発明は、有機顔料を0.5～40重量%含有する金属酸化物フレーク状粉体である。

【0009】本発明の金属酸化物フレーク状粉体は次のようにして製造される。加水分解および縮重合が可能な有機金属化合物、水、有機溶媒を含む溶液中に有機顔料を分散させ、これを基材上、好ましくは表面が平滑な基

板上に塗布し、乾燥して基材から剥離させた後、熱処理すれば、簡単かつ効率的に、着色フレーク状粉体が製造できる。

【0010】このように、有機顔料を添加分散することにより、染料を添加した場合よりも、濃色で隠蔽性のある着色フレーク状粉体が得られる。

【0011】本発明に用いる加水分解および縮重合が可能な有機金属化合物としては、アルコキシル基を有する金属アルコキシドが好ましい。具体的には、シリコン、チタン、アルミニウム、ジルコニウム等のメトキシド、エトキシド、プロポキシド、ブトキシド等が、単体あるいは混合体として用いられる。得られるフレーク状粉体の組成は、金属酸化物、例えば純粋なシリカ、珪酸塩系、チタン酸塩系、アルミン酸系、ジルコニウム酸塩系の非晶質のものである。得られる着色フレーク状粉体の使用上の安全性安心感から、上記金属エトキシドが、さらに好ましく用いられる。これは、得られる着色フレーク状粉体中に残留している有機残基が、何等かの分解促進を受けた場合でも、分解生成物がエタノールであれば、化粧品使用上差し支えないことによる。

【0012】上記着色フレーク状粉体中の有機顔料としては、昭和41年8月31日厚生省令第30号による有

有機顔料

加水分解および縮重合が可能な有機金属化合物

水

有機溶媒

【0015】有機顔料の分散は、公知の技術によって行えば良く、ホモジナイザー、ディスパーザー、サンドグラインダーミル、ボールミル、ローラーミル、高速インペラーミル、ペップルミル、アトライター、コロイドミル等の分散機の使用が例示される。しかし、有機顔料の種類によっては、これら分散機が必ずしも必要ではなく、単に攪拌を行うだけでも、実用上差し支えない分散状態が得られる場合もある。

【0016】上記有機顔料の分散時に、界面活性剤や分散剤を添加しても良い。使用する界面活性剤や分散剤は、特に限定されないが、上記着色フレーク状粉体が、化粧品として使用されることを考慮すると、化粧品原料基準記載の物質を用いるのが好ましい。ステアリン酸セッケンや各種の金属セッケン、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、ジアルキルスルホコハク酸塩、ステアリン酸、グリセリン、各種油脂等が例示される。

【0017】上記有機顔料の分散は、加水分解および縮重合が可能な有機金属化合物と水と有機溶媒の混合溶媒中で行うのが、工程が単純で好ましいが、この最終分散工程前に、予め有機顔料を適当な溶媒中に分散させておいても良い。

【0018】上記有機金属化合物を含む溶液中に添加す

機顔料（通称法定色素）群から選定するのが、化粧品として使用する上で好ましく、赤色202号、赤色203号、赤色204号、赤色205号、赤色206号、赤色207号、赤色208号、赤色219号、赤色220号、赤色221号、赤色226号、赤色228号、だいたい色203号、だいたい色204号、黄色205号、青色204号、赤色404号、赤色405号、だいたい色401号、黄色401号、青色404号等が例示される。これら有機顔料のうち、汎用性を考慮すると、赤色226号、赤色202号、赤色203号、赤色204号の使用が好ましく、実際、これら有機顔料を用いて作製した着色フレーク状粉体は、色調や発色がより優れている。本発明では、上記有機顔料の一種または二種以上混合して使用するものである。

【0013】これら有機顔料を、加水分解および縮重合が可能な有機金属化合物、水、有機溶媒を含む溶液に添加し、分散工程を経て均一な溶液とする。有機顔料は後述のようにフレーク状粉体中の有機顔料含有量が、0.5～40重量%になるように前記溶液中に含有させる。

【0014】上記の有機顔料、加水分解および縮重合が可能な有機金属化合物、水、有機溶媒を含む溶液の好ましい配合比は、有機顔料を基準にして次の通りである。

1 重量部

5～35 重量部

10～75 重量部

1～50 重量部

る有機溶媒は、実質的に上記有機金属化合物を溶解すれば基本的に何でも良いが、メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール等のアルコール類が好ましい。得られる着色フレーク状粉体の使用上の安全性安心感から、エタノールが、さらに好ましく用いられる。しかし前記有機金属化合物の加水分解反応で発生するアルコールで十分な場合には、溶媒は特に用いなくても良い。また、有機顔料の分散性向上の観点から、アセトン、キシレン、酢酸ブチル等の各種有機溶媒を、最終的に得られる溶液の均一性が損なわれない程度添加しても良い。ただし、この時は、得られた着色フレーク状粉体中にこれら溶媒が残留しないように、充分乾燥する必要がある。

【0019】上記有機金属化合物の加水分解を促進するために、塩酸、硝酸、硫酸等の酸を添加するのが好ましい。酸の添加量は特に限定されないが、有機金属化合物に対してモル比で0.001～2が良い。添加酸量が、モル比で0.001より少ないと、有機金属化合物の加水分解の促進が充分でなく、またモル比で2より多くても、もはや加水分解促進の効果が向上せず、酸が過剰となり好ましくない。

【0020】その他、上記溶液の特性を変化させるために、有機増粘剤等を添加しても良い。しかし、この添加量が多いと、乾燥剥離工程の歩留りが低下することがあるので、添加量は10重量%以下にとどめるべきであ

る。

【0021】上記有機金属化合物を含む溶液中に、例えば紫外線遮蔽効果の付与を目的として、酸化チタン、酸化セリウム、酸化亜鉛等の金属酸化物微粒子を添加しても良い。金属酸化物微粒子の添加については、特に限定されないが、1) 上記有機顔料と同時に行い、分散する方法、2) 金属酸化物粉体を予め水やアルコール等の溶媒に分散させておき、上記有機顔料と別に添加分散を行う方法等が例示される。さらに好ましくは、水やアルコール等を分散媒とする金属水酸化物コロイド、含水金属酸化物コロイド、金属酸化物コロイド等を添加するのが、金属酸化物等の微粒子の分散安定性が高く、製造工程が簡略化されるので良い。

【0022】本発明で使用する基板は金属、ガラスあるいはプラスチック等の材質で、表面が平滑なものを用いる。このような基板に、上記の有機金属化合物を含む溶液を塗布し、0.2～50 $\mu$ mの薄い膜とする。この膜が乾燥すると収縮するが、基板は収縮しないので、膜に亀裂が発生し、フレーク状となる。基板と膜との剥離が起きるためには、基板と膜との間に強い結合等の相互作用の少ない状態が好ましい。

【0023】上記基板表面に膜を形成する技術は、公知の技術を用いればよく、例えば、上記の有機金属化合物を含む液体に基板を浸漬した後、引き上げる方法（ディップコーティング法）や、基板上に上記液体を滴下し、基板を高速で回転させる方法（スピンコーティング法）、基板上に上記液体を吹き付ける方法（スプレーコーティング法）、回転するロールに上記液体を付着させ、これを基板に接触させる方法（ロールコーティング法）、上記液体をスリット状ノズルから押しだし基板上に塗布する方法（ダイコーティング法）、上記液体をスリットから自然落下させて基板上に塗布する方法（カーテンコーティング法）等が用いられる。本発明では、上記液体中に分散させた有機顔料粒子が有効かつ均一に塗膜中に含ませるため、上記方法のうち、スプレーコーティング法、ロールコーティング法、ダイコーティング法、カーテンコーティング法が好ましく用いられる。

【0024】熱処理に関しては、その方法に特に制限はない。熱処理温度および時間は、溶媒や酸の除去を確実にし、かつ有機顔料の分解が起こらない条件が好ましく、通常は80～250℃で5分間～24時間加熱する。有機顔料の分解を抑制する目的で、減圧下で熱処理を行う場合もある。

【0025】このようにして得られた着色フレーク状粉体の厚みは、溶液あるいは製膜条件等によって変化するが、概ね0.1～5 $\mu$ mであり、化粧料配合用としては好ましくは0.3～1.0、特に好ましくは0.4～0.9 $\mu$ mである。5 $\mu$ mより厚いと、製膜後の自由表面と基板付近との乾燥速度の差が大きくなりすぎ、基板に平行な方向での膜間剥離が発生するようになる。逆に

0.1 $\mu$ mより薄いと、基板と膜との付着力が大きくなりすぎ、膜が基板から剥離しなくなる。また着色フレーク状粉体の粒径は平均粒径が1～100 $\mu$ mであり、化粧料配合用としては好ましくは3～50 $\mu$ m、特に好ましくは7～40 $\mu$ mの大きさに粉碎・分級される。

【0026】本発明の着色フレーク状粉体中の有機顔料含有量は、0.5重量%以上、40重量%以下、より好ましくは3～30重量%である。0.5%より少ないと有機顔料による着色効果が小さくなり、着色の色調が良くない等の理由で好ましくない。また、40%より多いと、フレーク状粉体表面に露出する有機顔料が顕著に認められるようになり、非アレルギー性、伸展性（のび）、分散性、肌に対する感触等の特性が劣化するので、好ましくない。

【0027】本発明の有機顔料含有フレーク状粉体を配合した化粧料は、無機酸化物によって有機顔料が内包固定化されているので、有機顔料がフレークから溶出したり、脱離したりすることがほとんどなく、耐ブリード性、耐水性、耐汗性に優れた安定な製品となる。また、有機顔料が皮膚に直接触れないので、非アレルギー性が向上しており、また皮膚や爪等を染めることがなく、さらにフレーク形状であることから、有機顔料が汗腺や毛穴に詰まることなく、皮膚刺激がない安全な製品となる。

【0028】また、無機酸化物中に有機顔料が含有されていることにより、有機顔料の安定性が向上しており、耐光性、耐熱性が高く、鮮やかな発色を有する好ましい色調の製品となる。さらに、有機顔料含有フレーク状粉体が、互いに凝集することもなく、その表面が平滑であり、良好なすべり性を示すことから、伸展性（のび）、分散性、付着性が良く、使用触感に優れた製品となる。

【0029】本発明で言う化粧料には、上記有機顔料含有フレーク状粉体の他、必要に応じ、通常用いられている顔料等を併用しても、何等差し支えない。例えば、酸化チタン、酸化亜鉛、酸化ジルコニウム、黄色酸化鉄、黒色酸化鉄、弁柄、群青、紺青、酸化クロム、水酸化クロム等の無機顔料、雲母チタン、オキシ塩化ビスマス等の真珠光沢顔料、シリカビーズ、ナイロン、アクリル等のプラスチックビーズ等の粉体、タルク、カオリン、マイカ、セリサイト、その他の雲母類、炭酸マグネシウム、炭酸カルシウム、珪酸アルミニウム、珪酸マグネシウム、クレール等が例示される。

【0030】上記有機顔料含有フレーク状粉体の配合量としては、その目的とする化粧料の種類により異なるが、顔料等の固体成分に対して1～80重量%の範囲で用いられ、特に2～50重量%の範囲が好ましい。これ以下の含有量では、使用触感が改善されない、発色が良くない等の問題点があり、逆に上限より多くの有機顔料含有フレーク状粉体を添加しても、着色効果は上らず、他の成分が減少し、色調を整えたり、皮膚への付着

性を上げることが困難になる。

【0031】また、本発明で用いる有機顔料含有フレーク状粉体の化粧料中での分散性を向上させたり、感触を良くするために、このフレーク状粉体の表面処理を施して、改質することは何等差し支えない。例えば、メチルハイドロジェンポリシロキサン、反応性アルキルポリシロキサン、金属石鹸の他、水素添加レシチン、アシルアミノ酸、アシル化コラーゲンのアルミニウム、マグネシウム、カルシウム、チタン、亜鉛、ジルコニウム、鉄より選ばれた金属塩等の、いわゆる疎水化剤で表面処理を行うと、フレーク状ガラスの表面は親水性から疎水性に変わるため、化粧料の調合時に添加する油剤との馴染みが良くなり、感触の良い化粧料となる。

#### 【0032】

【実施例】以下に実施例を示す。

##### 実施例-1及び比較例-1

エタノール320ml、シリコンテトラエトキシド1480ml、純水1200ml、0.8N硝酸200mlを混合し、30℃で5時間攪拌して、均一な液（A液）を得た。一方、別に、赤色202号（リゾールルビンBCA）44gを、1000mlの純水に添加し、超音波を照射しながら激しく攪拌して、赤色202号分散液（B液）を得た。A液を攪拌しながらB液を添加し、さらに循環式のサンドミルを用いて赤色202号の分散を行った。その後、50℃で約20時間養生して塗布液とした。この液を径2mmのノズルから霧状に噴霧し、表面を研磨して平滑にした厚さ0.5mmのステンレス板表面に液を塗布した。これを150℃で約2分乾燥して、塗布されたゲル膜を剥離させ、フレーク状とし、120℃で24時間熱処理した。走査型電子顕微鏡でフレークを観察したところ、表面は平滑で、厚みは約0.6μmであった。窒素吸着法によりこのフレークの表面積

##### 成分-1

ひまし油  
ミリスチン酸オクチルドデシル  
ミリスチン酸イソプロピル  
ラノリン  
みつろう  
キャンデリラろう  
カルナウバろう  
セレシン

##### 配合量（重量%）

35.0  
19.0  
5.4  
5.5  
2.7  
6.6  
0.9  
7.2

#### 【0036】

##### 成分-2

上記赤色202号含有フレーク状粉体（粉体A）  
上記赤色226号含有フレーク状粉体（粉体B）  
二酸化チタン

##### 配合量（重量%）

7.5  
4.6  
5.5

#### 【0037】

##### 成分-3

##### 配合量（重量%）

を測定したところ、比表面積が約20m<sup>2</sup>/gであり、直径8nm以下の細孔を有する多孔質体であった。フレーク中の赤色202号含有量は、約10重量%であった。

【0033】この熱処理フレークをジェットミルで粉碎、分級して、平均粒径約14μmの鮮やかな赤色フレーク状粉体（粉体A）を得た。このフレーク状粉体は、互いに凝集することがなく、滑り性があり、独特の優れた触感を有していた。水及び油に対する有機顔料溶出を観察したところ、有機顔料の溶出はほとんど認められなかった。

【0034】赤色226号（ヘリンドンピンクCN）135g、純水1000ml、エタノール100ml、モノステアリン酸ポリオキシエチレングリセリン（日本油脂株式会社製ノニオンS-10）2gを混合し、サンドミルを用いて分散を行い、赤色の分散液を得た。一方、別にシリコンテトラエトキシド1480ml、0.1N硝酸1600mlを混合して、超音波照射を30分間行い、その後50℃で約10時間養生した。この液と、先の赤色226号分散液を混合し、超音波照射を5分間行い、さらに50℃で約2時間養生して、塗布液を得た。先述の方法でフレーク化、熱処理、粉碎分級を行い、赤色226号含有量約25%、厚み約0.7μm、平均粒径約15μmの赤色フレーク状粉体（粉体B）を得た。このフレーク状粉体は、互いに凝集することがなく、滑り性があり、独特の優れた触感を有していた。また、窒素吸着法によりこのフレーク状粉体の表面積を測定したところ、比表面積が約20m<sup>2</sup>/gであり、直径8nm以下の細孔を有する多孔質体であった。水及び油に対する有機顔料溶出を観察したところ、有機顔料の溶出はほとんど認められなかった。

【0035】次に以下の配合で口紅を作製した。

香料

0. 1

【0038】成分-1を混合して85℃に加熱溶解した。この溶解物に成分-2を添加して、攪拌混合を行った。さらに、成分-3を添加、攪拌混合し、型に流し込

み、冷却して、棒状に成形して口紅製品-1（実施例-1）を得た。

【0039】

成分-4

配合量（重量%）

赤色202号

0. 8

赤色226号

1. 0

マイカ

10. 3

二酸化チタン

5. 5

【0040】成分-2の代わりに成分-4を使用した以外は、前記と同様の方法により、口紅製品-2（比較例-1）を得た。

せ、最低点を1点、最高点を5点とする5段階法にて、評価した官能テストの結果を表1に示す。

【0042】

【0041】上記製品をパネラー20名に5日間使用さ

【表1】

表1

項目	本発明の化粧料（口紅製品-1） （実施例-1）	比較の化粧料（口紅製品-2） （比較例-1）
のび	4. 7	3. 0
つき	4. 5	3. 8
光沢感	4. 3	3. 1
仕上り感	3. 9	2. 2
色感	4. 6	4. 0
化粧もち	3. 7	3. 3

【0043】このように、本発明の化粧料は、のび（伸展性）やつき（付着性）に優れ、光沢感が良好で、発色が良く、仕上り感及び化粧もちの良いことが、確認された。なお、赤色202号含有フレーク状粉体（粉体A）および赤色226号含有フレーク状粉体（粉体B）は、化粧料に配合された後に色がより鮮やかに変化するのが認められた。これは粉体Aおよび粉体Bが有する微細な孔にひまし油等の油性成分が含浸して微細な孔による光散乱が減少するためと考えられる。

【0044】実施例-2及び比較例-2  
赤色226号9. 1g、赤色203号（レーキレッドC）0. 6g、黄色205号（ベンチジンイエロー）5. 0g、グリセリン2g、1-ブタノール50ml、

エタノール340ml、純水2000ml、シリコンデトラエトキシド1480ml、0. 8N硝酸200mlをサンドミルを用いて混合し、50℃で約20時間養生して塗布液とした。実施例-1記載の方法でフレーク化、熱処理、粉碎分級を行い、有機顔料含有量約3. 5%、厚み約0. 6μm、平均粒径約10μmの紅色フレーク状粉体（粉体C）を得た。このフレーク状粉体は、互いに凝集することがなく、滑り性があり、独特の優れた触感を有していた。上記フレーク状粉体の少量を、水及び油に各々添加して、有機顔料溶出を観察したところ、有機顔料の溶出はほとんど認められなかった。

【0045】以下の配合でネイルエナメルを作製した。

成分-5

配合量（重量%）

ニトロセルロース

15. 0

フタル酸系アルキド樹脂

12. 0

フタル酸ジブチル

4. 0

【0046】

成分-6 配合量 (重量%)

酢酸ブチル	25. 0
酢酸エチル	7. 0
トルエン	24. 0
2-プロパノール	6. 0
エタノール	2. 0
1-ブタノール	2. 0

【0047】

成分-7 配合量 (重量%)

上記有機顔料含有フレーク状粉体 (粉体C)	3. 0
-----------------------	------

【0048】成分-5と成分-6を混合し溶解させた。  
これに、成分-7を添加し、撹拌混合を行ない、NE製

品-1 (実施例-2)を得た。

【0049】

成分-8 配合量 (重量%)

赤色226号	0. 065
赤色203号	0. 004
黄色205号	0. 036
マイカ	2. 895

【0050】成分-7の代わりに成分-8を使用した以外は、前記と同様の方法により、NE製品-2 (比較例-2)を得た。

せ、最低点を1点、最高点を5点とする5段階法にて、評価した官能テストの結果を表2に示す。

【0052】

【0051】上記製品をパネラー20名に5日間使用さ

【表2】

表2

項目	本発明の化粧料 (NE製品-1) (実施例-2)	比較の化粧料 (NE製品-2) (比較例-2)
のび	4. 8	2. 5
つき	4. 3	3. 9
塗布性	4. 5	1. 4
光沢感	4. 7	3. 0
仕上り感	4. 5	1. 2
色感	4. 5	1. 7
均一性	4. 6	1. 3

【0053】このように、本発明の化粧料は、のび (伸展性) やつき (付着性) に優れ、均一に塗布し易く、透明感、光沢感が良好で、発色が良く、仕上り感に優れることが、確認された。

【0054】実施例-3及び比較例-3

市販の含水酸化チタンコロイド  $\text{TiO}(\text{OH})_2$  (商品名: チタニアゾルCS-N、石原産業株式会社製、二酸化チタン換算含有量約30重量%、粒子径30~60nm)

m、水分散) 120ml、0.2規定の硝酸1900ml、シリコンテトラエトキシド1630ml、エタノール1400mlを混合し、35℃で約50時間養生した。この液に、だいたい色203号(パーマネントオレンジ) 12gと赤色228号(パーマネントレッド) 12gを添加混合し、サンドミルを用いて、有機顔料を均一に分散させ、さらに50℃で10時間養生して、塗布液とした。実施例-1記載の方法でフレーク化を行い、得られたフレークを、減圧(約1Pa)下、150℃、24時間の熱処理を施した。さらに、実施例-1記載の方法で粉碎分級を行い、有機顔料含有量約5重量%(だいたい色203号含有量約2.5重量%、赤色228号含有量約2.5重量%)、二酸化チタン含有量約9.5重量%、厚み約0.7μm、平均粒径約12μmの黄橙色フレーク状粉体(粉体D)を得た。このフレーク状粉体をX線回折法で調べたところ、アナターゼ型二酸化チタンが検出されたのみであり、マトリックスは非晶質状

#### 成分-9

	配合量(重量%)
上記有機顔料含有フレーク状粉体(粉体D)	3.7
タルク	77.9
マイカ	9.0
二酸化チタン	5.4
ステアリン酸マグネシウム	2.8
シルクパウダー	0.5

#### 【0057】

#### 成分-10

#### 配合量(重量%)

スクワラン	0.5
セスキオレイン酸ソルビタン	0.1

#### 【0058】

#### 成分-11

#### 配合量(重量%)

香料	0.1
----	-----

【0059】成分-9をヘンシェルミキサーを用いて、5分間攪拌した。これに、70℃にて均一に溶解した成分-10を滴下しながら、攪拌混合を行った。さらに、

#### 成分-12

だいたい色203号	0.1
赤色228号	0.1
タルク	80.4
マイカ	9.7
二酸化チタン	5.5
ステアリン酸マグネシウム	2.9
シルクパウダー	0.6

【0061】成分-12をヘンシェルミキサーを用いて、10分間攪拌した。これに、70℃にて均一に溶解した成分-10を滴下しながら、攪拌混合を行った。

態であった。透過型電子顕微鏡でフレークを観察したところ、直径が30~60nmの二酸化チタン微粒子が、マトリックス中に平均的に分散して位置しているのが観察された。このフレーク状粉体は、互いに凝集することがなく、滑り性があり、独特の優れた触感を有していた。上記フレーク状粉体の少量を、水及び油に各々添加して、有機顔料の溶出を観察したところ、有機顔料の溶出はほとんど認められなかった。

【0055】このフレークをビニル系樹脂(硬化後の屈折率が約1.5)中に約10重量%混入分散させた塗料を基板の上に塗布乾燥して、約0.15mm厚みのフィルムとして、分光光度計で透過率を測定したところ、波長350nm以下の紫外線透過率が5%以下であり、紫外線を有効に遮蔽する着色フレーク状粉体であることが確認された。

【0056】次に以下の配合でパウダーファンデーションを作製した。

成分-11を添加後、1分間攪拌混合し、アトマイザーにより粉碎して粉製品-1(実施例-3)を得た。

#### 【0060】

#### 配合量(重量%)

さらに、成分-11を添加後、1分間攪拌混合し、アトマイザーにより粉碎して粉製品-2(比較例-3)を得た。



【0062】これら製品試料を、300Wキセノンランプで約15cmの距離から100時間照射して、照射前後の色調の変化を色彩色差計（ミノルタカメラ株式会社製CR-300）を用いて測定した。その結果、粉製品-1（実施例-3）では色差 $\Delta E$ が2.4であり、粉製品-2（比較例-3）では12.6であった。よって、

本発明の化粧料は、耐光性に優れている。

【0063】上記製品を（女性）パネラー20名に10日間使用させ、最低点1、最高点を5点とする5段階法にて、評価した官能テストの結果を表3に示す。

【0064】

【表3】

表3

項目	本発明の化粧料（粉製品-1） （実施例-3）	比較の化粧料（粉製品-2） （比較例-3）
のび	4.6	1.9
つき	4.4	3.4
光沢感	4.5	2.2
色感	4.4	3.9
化粧もち	4.7	2.6

【0065】このように、本発明の化粧料は、のび（伸展性）やつき（付着性）に優れ、光沢感が良好で、発色が良く、化粧もちの良いたことが、確認された。

【0066】

【発明の効果】以上の本発明の詳細な説明及び実施例、比較例で明らかなように、本発明の有機顔料含有フレーク状粉体は、無機酸化物によって有機顔料が内包固定化されているので、有機顔料がフレークから溶出したり、脱離したりすることがほとんどなく、これを配合した化粧料は耐ブリード性、耐水性、耐汗性に優れた安定な製品となる。また、有機顔料が皮膚に直接触れないので、

非アレルギー性が向上しており、また皮膚や爪等を染めることがなく、さらにフレーク形状であることから、有機顔料が汗腺や毛穴に詰まることなく、皮膚刺激がない安全な製品となる。また、無機酸化物中に有機顔料が含有されていることにより、有機顔料の安定性が向上しており、耐光性、耐熱性が高く、鮮やかな発色を有する好ましい色調の製品となる。さらに、有機顔料含有フレーク状粉体が、互いに凝集することもなく、その表面が平滑であり、良好なすべり性を示すことから、伸展性（のび）、分散性、付着性が良く、使用触感に優れた製品となる。